

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-315956
(43)Date of publication of application : 11.11.2004

(51)Int.Cl.

C22C 38/00
C21D 9/46
C22C 38/16
C22C 38/60
H01F 1/16

(21)Application number : 2003-395838

(71)Applicant : JFE STEEL KK

(22)Date of filing : 26.11.2003

(72)Inventor : TAKASHIMA MINORU
KONO MASAAKI
YAMADA KATSUMI

(30)Priority

Priority number : 2003095737 Priority date : 31.03.2003 Priority country : JP

(54) HIGH STRENGTH NON-ORIENTED ELECTRICAL STEEL SHEET WITH EXCELLENT MAGNETIC PROPERTY, AND ITS MANUFACTURING METHOD**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a non-oriented electrical steel sheet combining excellent magnetic properties and high strength.

SOLUTION: The steel sheet has a composition consisting of ≤0.02% C, ≤4.5% Si, ≤3.0% Mn, ≤3.0% Al, ≤0.50% P, ≤5.0% Ni, 0.2 to 4.0% Cu, and the balance Fe with inevitable impurities. Further, yield stress is made to a value not lower than CYS(MPa) represented by the equation: CYS=180+5600[%C]+95[%Si]+50[%Mn]+37[%Al]+435[%P]+25[%Ni]+22d-1/2, where d is the average grain size (mm) of crystal grains.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration].

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-315956
(P2004-315956A)

(43) 公開日 平成16年11月11日(2004.11.11)

(51) Int.C1. ⁷	F 1	テーマコード (参考)
C 22 C 38/00	C 22 C 38/00	303 U 4K033
C 21 D 9/46	C 21 D 9/46	501 A 5E041
C 22 C 38/16	C 22 C 38/16	
C 22 C 38/60	C 22 C 38/60	
H 01 F 1/16	H 01 F 1/16 A	

審査請求 未請求 請求項の数 5 0 L (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2003-395838 (P2003-395838)	(71) 出願人	000001258 JFEスチール株式会社 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号
(22) 出願日	平成15年11月26日 (2003.11.26)	(74) 代理人	100072051 弁理士 杉村 奥作
(31) 優先権主張番号	特願2003-95737 (P2003-95737)	(72) 発明者	高島 稔 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内
(32) 優先日	平成15年3月31日 (2003.3.31)	(72) 発明者	河野 雅昭 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	山田 克美 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 良好的な磁気特性と高強度とを両立した無方向性電磁鋼板を提供する。

【解決手段】 C : 0.02%以下、Si : 4.5%以下、Mn : 3.0%以下、Al : 3.0%以下、P : 0.50%以下、Ni : 5.0%以下およびCu : 0.2%以上4.0%以下を含有し、残部Feおよび不可避的不純物の成分組成を有し、降伏応力を下記式で示されるCYS (MPa) 以上とする。

記

$$\text{CYS} = 180 + 5600 [\% \text{C}] + 95 [\% \text{Si}] + 50 [\% \text{Mn}] + 37 [\% \text{Al}] + 435 [\% \text{P}] + 25 [\% \text{Ni}] + 22 d^{-1/2}$$

ただし、d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項1】

質量%で、
 C : 0.02%以下、
 Si : 4.5%以下、
 Mn : 3.0%以下、
 Al : 3.0%以下、
 P : 0.50%以下、
 Ni : 5.0%以下および
 Cu : 0.2%以上4.0%以下

を含有し、残部Feおよび不可避的不純物の成分組成からなり、降伏応力が下記式で示されるCYS (MPa) 以上であることを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板。
10

記

$$\text{CYS} = 180 + 5600 [\% \text{C}] + 95 [\% \text{Si}] + 50 [\% \text{Mn}] + 37 [\% \text{Al}] \\ + 435 [\% \text{P}] + 25 [\% \text{Ni}] + 22 d^{-1/2}$$

ただし、d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

【請求項2】

質量%で、
 C : 0.02%以下、
 Si : 4.5%以下、
 Mn : 3.0%以下、
 Al : 3.0%以下、
 P : 0.50%以下、
 Ni : 5.0%以下および
 Cu : 0.2%以上4.0%以下

を含有し、残部Feおよび不可避的不純物の成分組成からなり、鋼中に0.2~2.0vol%のCu析出物を有し、該Cu析出物の平均径が1~20nmであることを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板。
20

【請求項3】

請求項1または2において、成分組成として、さらにZr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素およびCoから選んだ1種または2種以上を、質量%で、
 ZrおよびVについてはそれぞれ0.1~3.0%、
 Sb、SnおよびGeについてはそれぞれ0.002~0.5%、
 B、Caおよび希土類元素についてはそれぞれ0.001~0.01%、そして
 Coについては0.2~5.0%

にて含有することを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板。
30

【請求項4】

質量%で、
 C : 0.02%以下、
 Si : 4.5%以下、
 Mn : 3.0%以下、
 Al : 3.0%以下、
 P : 0.50%以下、
 Ni : 5.0%以下および
 Cu : 0.2%以上4.0%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、次いで(Cu固溶温度+10°C)以上に加熱した後、Cu固溶温度から400°Cまでを10°C/s以上の速度で冷却する仕上焼鈍を施し、その後400°C以上650°C以下の温度にて時効処理を施すことを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。
40

【請求項5】

50

質量%で、

C : 0.02%以下、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3.0%以下、

Al : 3.0%以下、

P : 0.50%以下、

Ni : 5.0%以下および

Cu : 0.2%以上4.0%以下

を含み、さらにZr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素およびCoから選んだ1種または2種以上を、

10

ZrおよびVについてはそれぞれ0.1~3.0%、

Sb、SnおよびGeについてはそれぞれ0.002~0.5%、

B、Caおよび希土類元素についてはそれぞれ0.001~0.01%、そして

Coについては0.2~5.0%

にて含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、次いで(Cu固溶温度+10°C)以上に加熱した後、Cu固溶温度から400°Cまでを10°C/s以上の速度で冷却する仕上焼鈍を施し、その後400°C以上650°C以下の温度にて時効処理を施すことを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

20

【0001】

本発明は、無方向性電磁鋼板、特に高速回転モータのロータを典型例とする、大きな応力がかかる部品に用いて好適な、高強度でかつ低鉄損の特性を有する無方向性電磁鋼板およびその製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

近年、モータの駆動システムの発達により、駆動電源の周波数制御が可能となり、可変速運転や商用周波数以上で高速回転を行うモータが増加している。このような高速回転を行うモータでは、高速回転に耐え得るロータが必要になる。すなわち、回転体に作用する遠心力は回転半径に比例し、回転速度の2乗に比例して大きくなるため、中・大型の高速モータではロータに作用する応力が600MPaを超える場合もある。従って、こうした高速回転モータでは、ロータの強度が高いことが必要となる。

30

【0003】

また、近年のモータ効率向上の観点から増加した、ロータに永久磁石を埋め込んだ磁石埋設型DCインバータ制御モータでは、遠心力でロータから磁石が飛び出そうとするが、これを抑える際に、ロータに使用された電磁鋼板には大きな力が掛かる。このためにも、モータ、特にロータに使用される電磁鋼板には、高強度が必要とされている。

【0004】

モータ、発電機などの回転機器は、電磁気現象を利用するため、その素材は磁気特性に優れていること、すなわち低鉄損、高磁束密度であることが望ましい。通常、ロータコアはプレス打ち抜きした無方向性電磁鋼板を積層して使用するが、高速回転モータにおいてロータ素材が上述の機械強度を満足できない場合は、より高強度の鋳鋼製ロータなどを使用せざるを得ないのが現状である。しかしながら、鋳物製ロータは一体物であるため、ロータに作用するリップル損と呼ばれる高周波磁束による渦電流損が電磁鋼板を積層したロータより大きく、モータ効率が低下してしまう要因となっている。従って、磁気特性に優れ、かつ高強度の電磁鋼板がロータ用素材として要望されているのである。

40

【0005】

金属学的には、高強度化の手段として、固溶強化、析出強化および結晶粒微細化の3つの方法が知られており、電磁鋼板に適用した例も見られる。例えば、固溶強化を利用したものとしては、特許文献1に、Si含有量を3.5~7.0%に高めたうえに固溶強化能の大きい

50

元素を添加する方法が開示されている。また、特許文献2には、Si含有量を2.0~3.5%とし、NiあるいはNiとMnの両方の含有量を高め、650~850°Cという低温焼鈍により製造することで再結晶粒径を制御する方法が開示されている。さらに、析出強化を利用する方法としては、特許文献3に、Si含有量を2.0~4.0%とし、Nb, Zr, Ti, Vの微細な炭化物、窒化物を析出させる方法が開示されている。

【特許文献1】特開昭60-238421号公報

【特許文献2】特開昭62-256917号公報

【特許文献3】特開平6-330255号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

これらの方針により、ある程度の高強度を有する電磁鋼板が得られる。しかしながら、特許文献1に記載されるようなSi量が多い鋼では、冷間圧延性が著しく低下し、安定的な工業生産が困難となる不利がある。さらに、この技術により得られる鋼板は磁束密度B₅₀が1.56~1.60Tと大幅に低下してしまうという問題もあった。

【0007】

特許文献2における方法では、機械強度を高めるため低温焼鈍による再結晶粒成長の抑制が必要となるため、磁気特性、特に比較的周波数の低い商用周波数から数100Hzでの鉄損が低下するという問題があった。

【0008】

一方、特許文献3に記載の方法では、炭、窒化物自体が磁壁移動の障壁となるため、また炭、窒化物が電磁鋼板の結晶粒成長を妨げるため、鉄損に劣るという問題がある。

【0009】

以上のように、従来の方法は、安定的に工業生産可能な電磁鋼板において、高強度と低鉄損とを両立するという観点からは、いずれも満足できるものでは無かった。

【0010】

本発明は、良好な磁気特性と高強度とを両立した無方向性電磁鋼板およびこの鋼板を工業的に安定して生産することを可能とする製造方法について提案することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0011】

発明者らは、上記課題を解決するために、Cuを含んだ鋼の時効硬化現象に着目して種々の検討を行った結果、良好な鉄損と高強度とを両立するための手段を確立するに至った。すなわち、鋼中の析出物は高強度化に寄与する一方、磁壁移動を抑制して鉄損（履歴損）を劣化させるという、従来の知見に反して、鋼中にCuを適量添加して時効処理を行うことにより、平均径が20nm以下の極微細なCuを均一に析出させることができること、そして、こうして得られた極微細析出物は、高強度化に非常に有効であるが、鉄損（履歴損）はほとんど劣化させないことを、新規に知見した。

本発明は、上記の知見に基づくものである。

【0012】

すなわち、本発明の要旨構成は、以下の通りである。

(1) 質量%で、

C : 0.02%以下、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3.0%以下、

Al : 3.0%以下、

P : 0.50%以下、

Ni : 5.0%以下および

Cu : 0.2%以上4.0%以下

を含有し、残部Feおよび不可避的不純物の成分組成からなり、降伏応力が下記式で示されるCYS (MPa) 以上であることを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板。

10

20

30

40

50

記

$$CYS = 180 + 5600 [\%C] + 95 [\%Si] + 50 [\%Mn] + 37 [\%Al] \\ + 435 [\%P] + 25 [\%Ni] + 22 d^{-1/2}$$

ただし、d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

【0013】

(2) 質量%で、

C : 0.02%以下、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3.0%以下、

Al : 3.0%以下、

P : 0.50%以下、

Ni : 5.0%以下および

Cu : 0.2%以上4.0%以下

を含有し、残部Feおよび不可避的不純物の成分組成からなり、鋼中に0.2~2.0vol%のCu析出物を有し、該Cu析出物の平均径が1~20nmであることを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板。

【0014】

(3) 上記(1)または(2)において、成分組成として、さらにZr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素およびCoから選んだ1種または2種以上を、質量%で、
ZrおよびVについてはそれぞれ0.1~3.0%、
Sb、SnおよびGeについてはそれぞれ0.002~0.5%、
B、Caおよび希土類元素についてはそれぞれ0.001~0.01%、そして
Coについては0.2~5.0%

にて含有することを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板。

【0015】

(4) 質量%で、

C : 0.02%以下、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3.0%以下、

Al : 3.0%以下、

P : 0.50%以下、

Ni : 5.0%以下および

Cu : 0.2%以上4.0%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、次いで(Cu固溶温度+10℃)以上に加熱した後、Cu固溶温度から400℃までを10℃/s以上の速度で冷却する仕上焼鈍を施し、その後400℃以上650℃以下の温度にて時効処理を施すことを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。

【0016】

(5) 質量%で、

C : 0.02%以下、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3.0%以下、

Al : 3.0%以下、

P : 0.50%以下、

Ni : 5.0%以下および

Cu : 0.2%以上4.0%以下

を含み、さらにZr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素およびCoから選んだ1種または2種以上を、

ZrおよびVについてはそれぞれ0.1~3.0%、

Sb、SnおよびGeについてはそれぞれ0.002~0.5%、

10

20

30

40

50

B, Caおよび希土類元素についてはそれぞれ0.001~0.01%、そしてCoについては0.2~5.0%

にて含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、次いで(Cu固溶温度+10°C)以上に加熱した後、Cu固溶温度から400°Cまで10°C/s以上の速度で冷却する仕上焼鈍を施し、その後400°C以上650°C以下の温度にて時効処理を施すことを特徴とする磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。

【発明の効果】

【0017】

本発明によれば、磁気特性に優れ、しかも高い強度を有する電磁鋼板を安定して提供することができる。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

次に、本発明について、その構成要件毎に詳述する。

(鋼板の成分組成)

まず、成分組成範囲およびその限定理由を説明する。なお、本明細書において鋼組成を表す%は、特にことわらない限り質量%を意味するものである。

C : 0.02%以下

C量が0.02%を超えると磁気時効により鉄損が著しく劣化するため、0.02%以下に制限する。

【0019】

Si : 4.5%以下

Siは、脱酸剤として有用であることに加え、電気抵抗の増加により電磁鋼板の鉄損を低減する効果が大きい。さらに、固溶強化により強度向上に寄与する。脱酸剤としては、0.05%以上で効果が顕著となる。鉄損低減や固溶強化のためには0.5%、好適には1.2%以上で含有させる。しかし、4.5%を超えると、鋼板の圧延性の劣化が激しくなるため、その含有量は4.5%以下に制限する。

20

【0020】

Mn : 3.0%以下

Mnは、固溶強化による強度向上に有効な元素であることに加え、熱間脆性の改善に有効な元素であり、好ましくは0.05%以上で含有させる。しかし、過剰な添加は鉄損の劣化をもたらすため、その含有量を3.0%以下に制限する。

30

【0021】

Al : 3.0%以下

Alは、脱酸剤として有効であり、好ましくは0.5ppm以上で含有させる。しかし、過剰な添加は圧延性の低下をもたらすので、その添加量を3.0%以下に制限する。

【0022】

P : 0.50%以下

Pは、比較的少量の添加でも大幅な固溶強化能が得られるため高強度化に極めて有効であり、好ましくは0.01%以上で含有させる。一方、過剰な含有は偏析による脆化を引き起し、粒界割れや圧延性の低下をもたらすため、その含有量は0.50%以下に制限する。

40

【0023】

Ni : 5.0%以下

Niは、固溶強化による高強度化に有効な元素であり、好ましくは0.1%以上で含有させる。なぜなら、NiをCuとともに添加すると、特にCu析出物の時効析出相の成長が促進しやすい高Si系の鋼において、Cu析出物の粗大化抑制に効果を發揮し、時効析出硬化能を高める効果が得やすくなるからである。しかし、5.0%を超えると、その効果は飽和しコスト高をまねくだけになるため、その上限を5.0%とする。

【0024】

Cu : 0.2%以上4.0%以下

Cuは、時効処理によって微細な析出物を形成することにより、鉄損(履歴損)の劣化を

50

ほとんど伴わずに、大幅な強度上昇をもたらす。ここで、Cuの添加量として0.2%以上を確保しないと、後述する時効処理において所定量のCu析出物が得られなくなるため、Cuの添加量は0.2%以上とする。一方、Cuの添加量が4.0%を超えると、後述する時効処理においてCu析出物の平均径が20nmを超えて粗大化し、鉄損の劣化が大きくなるとともに、強度上昇率も低下する。従って、Cuの含有量は0.2%以上4.0%以下、好適には0.5%以上2.0%以下の範囲とする。

【0025】

上記元素の他は、Fe(鉄)および不可避的不純物である。不可避的不純物としてのSおよびNは、鉄損の観点からそれぞれ0.01%以下とすることが望ましい。

【0026】

本発明に係る無方向性電磁鋼板の基本組成は以上の通りであるが、上記成分に加えて、磁気特性の改善元素として知られるZr, V, Sb, Sn, Ge, B, Ca, 希土類元素およびCoを単独または複合で添加することが出来る。しかし、その添加量は本発明の目的を害さない程度にすべきである。具体的には、

ZrおよびVについては0.1~3.0%、

Sb, SnおよびGeについては0.002~0.5%、

B, Caおよび希土類元素については0.001~0.01%、

Coについては0.2~5.0%

である。

【0027】

(鋼板の組織、特性値)

本発明に係る無方向性電磁鋼板では、鋼板中のCuが鋼中に微細に析出していること、すなわち鋼中に0.2~2.0vol%のCu析出物を有し、該Cu析出物の平均径が1~20nmであることが肝要である。

まず、鋼中のCu析出物の量が0.2vol%未満では、析出強化のために必要な析出密度が得られないため、0.2vol%以上が必要である。

一方Cu析出物の量が2.0vol%を超えると、隣接する析出物同士が合体する確率が高まり、析出物の平均サイズが粗大化し強度の大幅な上昇を得ることが難しくなるため、2.0vol%以下にする。

【0028】

また、Cu析出物は、微細であるほど高強度化に寄与するが、鋼中におけるCu析出物の平均径が1nm未満では、強度の上昇効果が飽和する上、後述するCu析出物径の測定において1nm未満の微小径の特定が難しく、かような微小範囲に製品組織を管理する際に支障を来す場合もあるため、特に工業生産の観点からは平均径を1nm以上とする。一方、Cu析出物の平均径が20nmを超えると、高強度化に寄与しなくなる上、鉄損を劣化させることになる。したがって、鉄損を劣化させずに、高強度化に寄与する1~20nmの平均径の微細析出物としてCuを存在させることが重要である。

【0029】

ここで、鋼中のCu析出物の量は、後述の時効処理後の鋼板から採取した試料について、その厚みを予め求めておき、該試料の約400nm×400nm領域の走査透過電子顕微鏡像(暗視野像)を数視野撮影し、画像処理によってCu析出物の認識を行い、認識されたCu析出物を統計的に処理することによって導出した。

また、Cu析出物の平均径は、同様に画像処理によって認識したCu析出物について、

(a)当該視野内のCu析出物1個当たりの平均体積から、球相当径を算出する、

(b)各Cu析出物体積より各Cu析出物の球相当径を求め、その平均値を算出する、

(c)当該視野におけるCu析出物1個当たりの平均面積から、円相当径を算出する、

(d)各Cu析出物面積より各Cu析出物の円相当径を求め、その平均値を算出する、のいずれかの手法で求めることができる。

そして、Cu析出物の平均径が1~20nmの範囲にある、ということは、上記の(a)~(d)の測定手法のいずれか少なくとも1つの手法によって得られる平均径が、1~20nmの範囲

10

20

30

40

50

にあることを意味する。

【0030】

この際、観察領域の試料厚みが薄すぎると、Cu析出物の脱落頻度が高まり、逆に厚すぎると走査透過電子顕微鏡像中の析出粒子認識が困難になるため、観察領域の厚みは30nm～60nmの範囲とすることが好ましい。

また、一般に、Cu含有鋼の透過電子顕微鏡試料は表面電着Cu粒子の影響により、析出量が過大評価傾向にあるため、観察にはアルゴンイオンによって表面清浄化を施した試料を用いることが好ましい。

ちなみに、図1に1.8%Si-1.0%Cu系の時効処理後鋼板を上記に従って観察した際の一例を示すように、黒地に白く浮き出ている粒子が時効により析出したCuである。

10

【0031】

なお、本発明におけるCu析出物とは、Cuの析出物を対象としていることは勿論であるが、析出物が極微細になると、Cuに鉄が含まれる場合があり、このような場合も含めてCu析出物という。

【0032】

また、製造条件によっては粒界に粗大なCu析出物が認められることがあるが、本発明では結晶粒内におけるCu析出物を規定することが重要である。すなわち、本発明で所期した上記特性を電磁鋼板に付与するには、その母相を強化することが有効であり、この強化に寄与するCuの微細析出は結晶粒内に実現させることが重要である。

【0033】

さて、Cu量を0.20～4.0%、好ましくは0.5～2.0%とした鋼では、例えば500°C×10hの時効焼鈍により、鋼中に平均で5nm程度のCu析出物を微細に析出させることができ、その結果、時効後に100MPa程度の強度上昇を得ることができる。その結果、製品の降伏応力YS(MPa)は、下記式で表されるCYS以上となる。

記

$$\begin{aligned} CYS = & 180 + 5600 [\%C] + 95 [\%Si] + 50 [\%Mn] + 37 [\%Al] \\ & + 435 [\%P] + 25 [\%Ni] + 22 d^{-1/2} \end{aligned}$$

【0034】

上記式において、各元素の項の係数は、各元素1%当りの固溶強化量を表している。また、dは製品の平均結晶粒径(直径:mm)であり、圧延方向沿った板厚断面をナイタル腐食液などでエッチングされた試料を光学顕微鏡により観察し、観察視野面積と視野内の結晶粒数より結晶粒の円相当径として求められるものである。この平均結晶粒径dが小さいほど高強度化されるが、鉄損が劣化する。そのため、求められる強度および鉄損特性に応じて結晶粒径dを調整する。

30

なお、適正な結晶粒径は求められる鉄損レベルにもよるが、一般に約0.02～0.2mmである。

【0035】

上記した時効による強度上昇を、磁気特性へ悪影響を与えることなしに実現するには、上記した成分組成に加えて、特に時効条件等を適正化し、Cuの析出状態を制御することが必須であり、以下の条件に従って製造することが肝要である。

40

【0036】

(製造方法)

本発明に係わる鉄損に優れた高強度無方向性電磁鋼板を製造するためには、まず、転炉あるいは電気炉などにて、前記した所定成分に溶製された鋼を、連続鋳造あるいは造塊後の分塊圧延により鋼スラブとする。鋼スラブの組成範囲は、目的とする製品板の組成範囲と同一でよい。次いで、得られたスラブを熱間圧延し、必要に応じて熱延坂焼鈍を施し、一回あるいは中間焼鈍を挟む二回以上の冷間圧延あるいは温間圧延を施して製品板厚とし、仕上げ焼鈍を施し、その後時効処理を施す。さらに、仕上げ焼鈍後のいずれかの段階において、必要に応じて絶縁被膜の塗布および焼き付け処理を行う。

【0037】

50

上記の仕上焼鈍は、Cuを固溶させるため、焼鈍温度を {Cu固溶温度 (Ts) +10°C} 以上とし、仕上焼鈍の冷却過程において、Cuの析出を抑制するためにCu固溶温度から400°Cまでの間を10°C/s以上の速度で冷却することによって行う。焼鈍温度が (Cu固溶温度 +10°C) 未満であるとき、粗大なCu析出物が製品中に残留し、その後の時効焼鈍によっても高強度とならない。また、冷却速度が10°C/s未満の場合にも、Cuが粗大に析出し、その後の時効焼鈍によっても高強度とならない。仕上焼鈍温度の上限は特に設けないが、1150°Cを超えると、鋼板表面の酸化に伴う鉄損劣化が大きくなるので1150°C以下とすることが望ましい。

なお、Cu固溶温度 (Ts) は

$$Ts\ (^{\circ}\text{C}) = 3351 / \{ 3.279 - \log_{10} (\text{Cu質量\%}) \} - 273$$

により求められる。

10

【0038】

引き続く時効処理は、400°C以上650°C以下、好ましくは450°C以上600°C以下の温度で行う。すなわち、400°C未満の場合には、微細Cuの析出が不十分となり、高強度が得られない。一方、650°Cを超えるとCu析出物が粗大化するため、鉄損が劣化し強度上昇量も減少するため、良好な強度-鉄損バランスを有する電磁鋼板が得られない。なお、適切な時効時間は処理温度にも依存するが、20s以上1000h以下が好適である。なお、この時効処理の実施時期は、絶縁被膜の塗布焼付け前、焼付け後、プレス打ち抜きなどの加工後、などのいずれのタイミングで実施してもよい。

【実施例1】

20

【0039】

表1に示す成分組成を有する鋼を転炉で溶製し、連続鋳造によりスラブとした。次いで、このスラブを、熱間圧延により板厚2.2mmの熟延板とした。この熟延板を、冷間圧延により最終板厚0.5mmの冷延板としたのち、表1に示す焼鈍条件にて仕上焼鈍した。その際、Cu固溶温度から400°Cまでの冷却速度は20°C/sとした。その後、仕上焼鈍板に500°Cおよび10hの時効処理を施したのち、絶縁被膜を被成し製品板とした。なお、製品の組成は表1に示すスラブ組成と同じであった。

【0040】

かくして得られた製品板について、平均結晶粒径 d、鉄損W_{15/50}、降伏応力YSを評価した。なお、鉄損はエプスタイン試験法により測定した。降伏応力YSは、製品板の圧延方向とその直角方向について測定し、その値を平均して求めた。

30

平均結晶粒径 d は、製品断面の光学顕微鏡観察により円相当径として求めた。

【0041】

また、Cu析出物の評価は、走査透過電子顕微鏡観察により、次のように行った。まず、電子顕微鏡観察用の試料は、製品板の厚み中心部より圧延面に平行な平板として採取し、過塩素酸-メタノール系の電解液を用いた電解研磨により薄膜化した後、試料表面の清浄化のため、アルゴンイオンによるスパッタリングを5分間実施して準備した。観察は、1nm径以下の電子線を観察視野中で走査する走査透過モードで行い、析出物が認識しやすい暗視野像を3視野ずつ取得した。なお観察領域が薄すぎると析出粒子の脱落頻度が高まり、厚すぎると走査透過電子顕微鏡像中の析出粒子認識が困難になるため、観察領域の厚みが30~60nmの範囲となるようにした。ここで、試料厚みは電子エネルギー損失スペクトルから見積もった。こうして得られた、400nm×400nmの暗視野像全てについて、画像処理によりCu析出物の粒子認識を行い、Cu析出物数を求めると共に、各Cu析出物面積より各Cu析出物の円相当径を算出し、この各Cu析出物の円相当径から、各Cu析出物を球と仮定して各Cu析出物の体積を求め、かように求めた体積の総和を全Cu析出物体積とした。次いで、この全Cu析出物体積と観察対象の全体積、つまり各視野の体積 (400nm×400nm×観察領域の厚み) の合計体積とから、体積分率として析出量 (f) を算出するとともに、Cu析出物数で全Cu析出物体積を除した平均析出物体積から、析出物の球相当径を求め、それを平均径 (d_p) として評価した。

40

これらの評価結果を表1に併記する。

50

(10)

特開2004-315956

【0042】

【表1】

No	成分組成(mass%)							製品粒径 (mm)	T _s (°C)	仕上焼純 温度 (°C)	CYS (MPa)	YS (MPa)	W _{15%0} (W/kg)	Cu折出特性	d ₀ (mm)	備考	
	C	Si	Mn	Al	P	Ni	Cu										
1-1	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	0.1	0.10	510	1000	520	420	2.7	0.02	7	比較例	
1-2	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	0.2	0.10	509	1000	520	520	2.6	0.20	6	発明例	
1-3	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	0.5	0.10	683	1000	520	612	2.7	0.41	6	発明例	
1-4	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	1.5	0.10	807	1000	520	620	2.7	1.20	15	発明例	
1-5	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	2	0.10	852	1000	520	608	2.6	1.34	18	発明例	
1-6	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	3	0.10	923	1000	520	522	2.6	1.40	20	発明例	
1-7	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	4.2	0.10	989	1000	520	440	4.5	2.40	50	比較例	
1-8	0.002	0.1	0.10	0.001	0.02	0.01	1.5	0.03	807	820	342	427	6.1	0.26	5	発明例	
1-9	0.002	4.5	0.10	0.20	0.02	0.01	1.5	0.10	807	1000	710	850	2.2	1.34	18	発明例	
1-10	0.002	0.1	0.10	0.001	0.02	0.01	0.01	0.03	362	820	342	225	6.1	—	—	比較例	
1-11	0.002	4.5	0.10	0.20	0.02	0.01	0.01	0.10	362	1000	710	812	2.2	—	—	比較例	
1-12	0.002	2.5	3.0	0.20	0.02	0.01	1.5	0.10	807	1000	665	670	2.8	1.20	12	発明例	
1-13	0.002	2.5	0.10	3.0	0.02	0.01	1.5	0.10	807	1000	623	670	2.3	1.10	12	発明例	
1-14	0.002	2.5	0.10	0.20	0.50	0.01	1.5	0.10	807	1000	728	780	2.7	1.25	15	発明例	
1-15	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	5.0	1.5	0.10	807	900	644	680	2.6	1.20	15	発明例	
1-16	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	0.10	807	1000	520	620	2.5	1.00	18	発明例	
1-17	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	0.10	807	1000	520	615	2.5	1.10	15	発明例	
1-18	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Sb=0.005	907	1000	520	618	2.4	0.90	8	発明例	
1-19	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Sn=0.005	910	807	1000	520	621	2.5	0.85	7	発明例
1-20	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Ge=0.005	910	807	1000	520	612	2.6	1.20	10	発明例
1-21	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	B=0.005	910	807	1000	520	615	2.6	0.80	7	発明例
1-22	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Ca=0.005	910	807	1000	520	613	2.6	1.20	8	発明例
1-23	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Ce=0.005	910	807	1000	520	605	2.6	1.40	9	発明例
1-24	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Co=0.5	910	807	1000	520	607	2.5	1.20	12	発明例
1-25	0.003	2.2	0.10	0.35	0.02	0.01	0.01	Z=0.12,V=0.12,Ca=0.002	910	684	1000	520	570	3.3	0.60	8	発明例
1-26	0.002	2.2	0.10	0.35	0.02	0.01	0.01	Sb=0.02,Sn=0.03,B=0.001	910	684	1000	520	530	3.2	0.50	7	発明例
1-27	0.002	2.2	0.10	0.35	0.02	0.01	0.01	Ge=0.005,Ce=0.005,Co=0.25	910	684	1000	520	555	3.4	0.65	8	発明例

【0043】

表1に示すように、成分組成を本発明の範囲内に制御したものは、いずれも製品板において、高強度を有し、かつ鉄損に優れたものとなった。これらの発明例は、強化因子であるCu析出物の析出量 f および平均径 d_p が発明範囲内にある。

これに対し、低Si成分系の従来鋼（比較例：No. 1-10）および高Si成分系の従来鋼（比較例：No. 1-11）では、良好な鉄損が得られるものの、強度が低い。また、Cuを過剰に含有する鋼（比較例：No. 1-7）は、鉄損が悪くかつ強度も低かった。

【実施例2】**【0044】**

表2に示す成分組成を有する鋼を、転炉により溶製し、連続鋳造によりスラブとした。このスラブを、熱間圧延により板厚1.8mmの熱延板とし、熱延板に800°C × 5 h の熱延板焼鈍を施した後、1回冷延法により板厚0.35mmの冷延板とした。さらに、この冷延板に、表2に示す条件で仕上焼鈍を行い、ついで絶縁被膜を被成し、表2に示す時効処理を行って製品とした。なお、製品板の組成は、スラブ組成と同じであった。

【0045】

かくして得られた製品板について、実施例1の場合と同様に、平均結晶粒径 d 、鉄損 $W_{15/60}$ および降伏応力 YS (MPa)、さらにCu析出物の析出量 f および平均径 d_p について、評価した。

その評価結果を表2に併記するように、鋼組成、仕上焼鈍条件および時効処理条件を本発明範囲内に制御したものは、製品板において優れた鉄損と高強度とを得ることができた。

【0046】

しかしながら、Cuを添加しない従来鋼（比較例：No. 2-11）では、優れた鉄損を得ることはできるが、高強度を得ることができない。また、仕上焼鈍温度が低すぎる場合（比較例：No. 2-1）、仕上焼鈍冷却速度が遅すぎる場合（比較例：No. 2-4）には、鉄損が劣化するばかりでなく、高強度も得ることができない。さらに、時効温度が低すぎる場合（比較例：No. 2-5）には、高強度が得ることができず、時効温度が高すぎる場合（比較例：No. 2-10）には、鉄損が劣化し、高強度も得ることができなかつた。

【0047】

10

20

【表2】

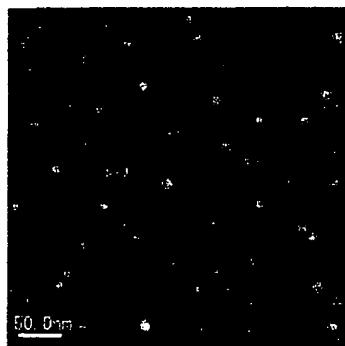
No	成分組成 (mass%)						製品粒径 d (mm)	Ts (°C)	仕上鍛鍊 温度 (°C)	冷却速度 (°C/s)	時効温度 (°C)	製品特性			dp (nm)	備考		
	C	Si	Mn	Al	P	Ni						YS (MPa)	W _{15/50} (W/kg)	f (vol %)				
2-1	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.025	807	800	10	500	384	6.7	0.15	15	比較例	
2-2	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.03	807	817	10	500	372	4.9	0.30	7	差明例	
2-3	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.035	807	850	10	500	362	4.8	0.30	5	差明例	
2-4	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.03	807	817	5	500	372	310	6.5	0.50	25	比較例
2-5	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.03	807	817	10	350	372	258	4.9	0.01	3	比較例
2-6	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.03	807	817	10	400	372	300	4.7	0.80	<1	比較例
2-7	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.03	807	817	15	400	372	545	4.8	0.20	3	差明例
2-8	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.03	807	817	10	400	372	452	4.8	0.30	5	差明例
2-9	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.03	807	817	10	650	372	440	4.8	1.90	18	差明例
2-10	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	0.03	807	817	10	700	372	261	6.9	1.00	35	比較例
2-11	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	0.02	0.03	400	817	10	500	372	225	4.8	-	-	比較例
2-12	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.055	910	900	10	500	619	505	4.6	0.15	12	比較例
2-13	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.13	910	1000	10	500	586	595	2.6	1.80	13	差明例
2-14	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.08	910	950	10	500	603	640	2.6	1.70	12	差明例
2-15	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.08	910	950	5	500	603	587	4.9	1.90	25	比較例
2-16	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.07	910	900	5	500	610	590	5.1	2.10	20	比較例
2-17	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.08	910	950	10	350	603	465	2.6	-	-	比較例
2-18	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.08	910	950	10	400	603	650	2.6	0.35	5	差明例
2-19	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.08	910	950	10	850	603	610	2.9	1.90	17	差明例
2-20	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	-	2.8	0.08	910	950	10	700	603	515	5.2	0.65	30	比較例
2-21	0.003	3.1	0.26	0.35	0.01	0.1	0.1	0.08	510	950	10	500	602	470	2.4	-	-	比較例

【図面の簡単な説明】

【0048】

【図1】1.8%Si-1.0%Cu系の時効処理後鋼板の走査透過電子顕微鏡像を示す図である。

【図1】



フコントページの続き

Fターム(参考) 4K033 AA01 CA01 CA02 CA03 CA06 CA08 CA09 CA10 DA01 EA01
EA02 FA13 FA14 HA01 KA02 QA02 RA03 SA03 TA03
5E041 AA04 CA04 HB11 NN01 NN06 NN18

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.